



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **07118749 A**(43) Date of publication of application: **09.05.95**

(51) Int. Cl.

**C21D 8/12**  
**C21D 1/70**  
**C21D 9/46**  
**H01F 1/16**

(21) Application number: **05267546**(22) Date of filing: **26.10.93**(71) Applicant: **NIPPON STEEL CORP**(72) Inventor: **USHIGAMI YOSHIYUKI**  
**NAGASHIMA TAKEO**

**(54) PRODUCTION OF GRAIN-ORIENTED SILICON**  
**STEEL SHEET LOW IN CORE LOSS**

(57) Abstract:

**PURPOSE:** To improve the core loss properties in a steel sheet, to execute finish annealing at a low temp. in a short time and to reduce the production cost by subjecting a silicon steel to decarburizing annealing in an atmosphere in which oxides are not formed and promoting its purification at the time of finish annealing by using alumina.

**CONSTITUTION:** A silicon steel contg., by weight, 0.8 to 4.8% Si, 0.012 to 0.05% acid soluble Al, 20.01% N, 20.012% S, and the balance Fe is melted. The steel strip of this steel is rolled by regulating its sheet thickness into a final one, is subjected to

decarburizing annealing and nitrogen increasing treatment and is subsequently subjected to finish annealing by using a separation agent for annealing (alumina) between the sheets, and the surface is formed into a mirror face. At this time, the decarburizing annealing is executed in a wet hydrogen atmosphere or the like to prevent the formation of Fe series oxides. Moreover, at the time of laminating the decarburized sheet, alumina is used as a separation agent for annealing to promote the purification of the steel sheets at the time of the finish annealing, and the purification in the finish annealing is executed at a temp.  $T(^{\circ}\text{C}) \geq 1100$ , for time (t) (hr) expressed by  $62-T/20$  to  $297-T/4$ .

COPYRIGHT: (C)1995,JPO

特開平7-118749

(43) 公開日 平成7年(1995)5月9日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 1 D 8/12	B			
1/70	B			
9/46	5 0 1 A	7356-4K		
H 0 1 F 1/16				
			H 0 1 F 1/16	B
			審査請求 未請求	請求項の数 2 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平5-267546

(22) 出願日 平成5年(1993)10月26日

(71) 出願人 000006655

新日本製鐵株式会社

東京都千代田区大手町2丁目6番3号

(72) 発明者 牛神 義行

富津市新富20-1 新日本製鐵株式会社技  
術開発本部内

(72) 発明者 長島 武雄

富津市新富20-1 新日本製鐵株式会社技  
術開発本部内

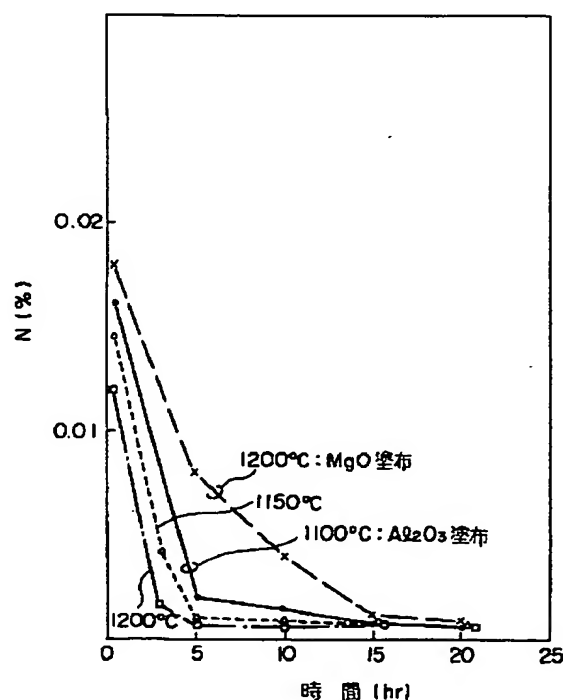
(74) 代理人 弁理士 茶野木 立夫 (外1名)

(54) 【発明の名称】 鉄損の低い方向性電磁鋼板の製造方法

## (57) 【要約】

【目的】 本発明は、形状の良好で鉄損特性の良好な方向性電磁鋼板を、低温・短時間の仕上げ焼鈍により製造する方法を提示するものである。

【構成】 脱炭板の酸化層を、脱炭焼鈍時の雰囲気ガスの酸化度もしくは後工程で除去することにより制御し、かつ焼鈍分離剤としてアルミナを用いることにより、仕上げ焼鈍時の純化を促進し仕上げ焼鈍を低温・短時間で行わせ、かつ形状不良を低減させる。



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項1】 重量で、

Si: 0.8~4.8%,

酸可溶性Al: 0.012~0.05%,

N ≤ 0.01%,

S ≤ 0.012%

残部実質的にFe及び不可避免の不純物からなる珪素鋼帯を、一回もしくは中間焼鈍をはさむ二回以上の冷間圧延により最終板厚とし、次いで脱炭焼鈍・増窒素処理を行った後、板間の焼鈍分離剤としてアルミナを用いることにより仕上げ焼鈍後に表面を鏡面にすることを特徴とする鏡面方向性電磁鋼板の製造方法において、上記脱炭焼鈍をFe系酸化物の形成しない酸化度の雰囲気ガス中で行い、かつ脱炭板を積層する際の焼鈍分離剤としてアルミナを用いることにより、仕上げ焼鈍時に鋼板の純化を促進させ、仕上げ焼鈍の純化を下記の温度; T (°C)、時間; t (hr) の領域で行うことを特徴とする鉄損の低い方向性電磁鋼板の製造方法。

$$62-T/20 \leq t \leq 297-T/4, \quad T \geq 1100$$

【請求項2】 窒化処理後に表面酸化層を除去し、かつ脱炭板を積層する際の焼鈍分離剤としてアルミナを用いることにより、仕上げ焼鈍時に鋼板の純化を促進させ、仕上げ焼鈍の純化を行うことを特徴とする請求項1記載の鉄損の低い方向性電磁鋼板の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は主として変圧器その他の電気機器等の鉄心として利用される一方向性電磁鋼板の製造方法に関するものである。特に、その表面を効果的に仕上げることにより鉄損特性の向上と合わせて、仕上げ焼鈍を低温・短時間で効率的に行い製造コストの低減を図ろうとするものである。

## 【0002】

【従来の技術】 一方向性珪素鋼板は磁気鉄心として多くの電気機器に用いられている。一方向性珪素鋼板は、Siを0.8~4.8%含有し製品の結晶粒の方位を{110}〈001〉方位に高度に集積させた鋼板である。その磁気特性として磁束密度が高く(B<sub>8</sub>値で代表される)、鉄損が低い(W<sub>17/50</sub>値で代表される)ことが要求される。特に、最近では省エネルギーの見地から電力損失の低減に対する要求が高まっている。この要求に応え、一方向性珪素鋼板の鉄損を低減させる手段として、磁区を細分化する技術が開発された。

【0003】 積み鉄心の場合、仕上げ焼鈍後の鋼板にレーザービームを照射して局所的な微少歪を与えることにより磁区を細分化して鉄損を低減させる方法が、例えば特開昭58-26405号公報に開示されている。また、巻き鉄心の場合には、鉄心に加工した後、歪取り焼鈍(Stress Release Annealing: 応力除去焼鈍)を施しても磁区細分化効果の消失しない方法も、例えば特開昭

62-8617号公報に開示されている。これらの技術的手段により磁区を細分化することにより鉄損は大きく低減されるようになってきている。

【0004】 しかしながら、これらの磁区の動きを観察すると動かない磁区も存在していることが分かった。従って、方向性電磁鋼板の鉄損値を更に低減させるためには、磁区細分化と合わせて磁区の動きを阻害する(1)鋼板表面のガラス皮膜からのピン止め効果をなくすこと、及び(2)二次再結晶時にインヒビターとして活用した窒化物、硫化物等の不純物をなくす(純化)ことが重要である。

【0005】 第1課題である磁区の動きを阻害する鋼板表面のガラス皮膜を形成させない手段として、焼鈍分離剤として粗大高純アルミナを用いることによりガラス皮膜を形成させない方法が、例えばU. S. Patent 3785882に開示されている。しかしながらこの方法では表面直下の介在物をなくすことができず、鉄損の向上代はW<sub>15/60</sub>で高々2%に過ぎない。

【0006】 この表面直下の介在物を制御し、かつ表面の鏡面化を達成する方法として、仕上げ焼鈍後に化学研磨或いは電解研磨を行う方法が、例えば特開昭64-83620号公報に開示されている。しかしながら、化学研磨・電解研磨等の方法は、研究室レベルでの少試料の材料を加工することは可能であるが、工業的規模で行うには薬液の濃度管理、温度管理、公害設備の付与等の点で大きな問題があり、いまだ実用化されるに至っていない。

【0007】 この問題点を解消する方策として、本発明者等は脱炭焼鈍板の酸化層を酸洗等により除去し、焼鈍分離剤としてアルミナ等のシリカとの反応性の低い物質を用いることが有効であることを開示している(例えば特願平5-43810号)。また、この方法の改良として、脱炭焼鈍の露点を制御し、脱炭焼鈍時に形成される酸化層においてFe系酸化物(Fe<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>, FeO等)を形成させないことが有効であることを最近見出した。

【0008】 第2の不純物の純化に関しては、従来、水素雰囲気中で約1200°Cの高温で20時間程度焼鈍することが有効であることが知られている。しかしながら、このような高温で長時間焼鈍することは、操業経費、設備維持費等のコスト面、また、形状不良による歩留まり低下をもたらし、製造コストを高めてしまっている。

## 【0009】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、仕上げ焼鈍の純化を促進することにより仕上げ焼鈍を低温・短時間で高い効率を上げる方策を提示することである。

## 【0010】

【課題を解決するための手段】 本発明者等は、上記課題を解決するために種々の実験を行い、磁気特性を損なわ

ず、かつ効率的に仕上げ焼鈍を行う方策の検討を行った。その結果、純化挙動に対して銅板表面の状況が大きな影響を及ぼしており先に開示した表面直下の介在物を低減させる次の2つの方法が純化促進に有効であることを見出した。(1)脱炭焼鈍をFe系酸化物の形成しない酸化度の雰囲気ガス中で行い、かつ脱炭板を積層する際の焼鈍分離剤としてアルミナを用いること、(2)脱炭焼鈍で形成された表面酸化層を除去し、かつ脱炭板を積層する際の焼鈍分離剤としてアルミナを用いること。

【0011】以下、詳細にその知見を得た実験を説明する。重量で、Si:3.3%、Mn:0.1%、C:0.05%、S:0.012%、酸可溶性Al:0.027%、N:0.008%の珪素鋼スラブを1150℃で加熱した後、板厚2.3mmに熱延した。この熱延板を1100℃で2分間焼鈍した後最終板厚0.3mmに冷延した。この冷延板を湿潤ガス中で脱炭を兼ね830℃で150秒焼鈍し一次再結晶させた後、アンモニアを含有する雰囲気ガス中で焼鈍して窒素量を0.027%に増加させた。

【0012】その後、一部の試料は酸洗により表面酸化層を除去した後、焼鈍分離剤としてアルミナを塗布した。また、一部は従来のようにマグネシアを塗布した。これらの試料を積層し、窒素雰囲気中で1100~1200℃の所定の温度に昇温した後、水素ガスに切り替え各温度で純化挙動の調査を行った。その窒素及び硫黄の純化挙動を図1に示す。

【0013】図1より、酸洗により表面酸化層を除去した後、焼鈍分離剤としてアルミナを塗布し表面の鏡面化を行ったものは従来のものに比べて純化が促進されることが分かる。また、低温域(~1100℃)での硫黄の純化挙動が律速となっていることが分かる。磁気特性に対して影響を及ぼす不純物の臨界値は約0.002%であるので、上記結果をもとにすると少なくとも1100℃で7時間、1150℃で4時間、1200℃で3時間の焼鈍が純化に対して必要であると考えられる。このような純化挙動と合わせて、銅板の形状を考慮すると以下の温度:T(℃)、時間:t(hr)の領域で仕上げ焼鈍時の純化焼鈍を行うことがよい。

$62 - T / 20 \leq t \leq 297 - T / 4$ , 但し、 $T \geq 1100$

【0014】以下、実施形態ならびに各条件の限定理由を説明する。基本的な製造法としては、小松等による(A1, Si)Nを主インヒビターとして用いる製造法(例えば特公昭62-45285号)を適用すればよい。Siは電気抵抗を高め、鉄損を下げる上で重要な元素である。含有量が4.8%を超えると冷間圧延時に材料が割れ易くなり、圧延不可能となる。一方、Si量を下げると仕上げ焼鈍時に $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態を生じ、結晶の方向性が損なわれるので、実質的に結晶の方向性に影響を及ぼさない0.8%を下限とする。酸可溶性AlはNと結

合してAlNまたは(A1, Si)Nとしてインヒビターとして機能するために必須の元素である。磁束密度が高くなる0.012~0.050%を限定範囲とする。

【0015】Nは製鋼時に0.01%以上添加するとブリスターとよばれる銅板中の空孔を生じるので0.01%を上限とする。Sは先述の結果より、低温域での純化の律速になるので、0.012%を上限とする。他のインヒビター構成元素として純化を行う必要のないB, Bi, Pb, Sn等を添加することもできる。

【0016】上記成分の溶鋼は、通常の工程により熱延板とされるか、もしくは溶鋼を連続製造して薄帯とする。前記熱延板または連続製造薄帯は直ちに、もしくは短時間焼鈍を経て冷間圧延される。上記焼鈍は750~1200℃の温度域で30秒~30分間行われ、この焼鈍は製品の磁気特性を高めるために有効である。望む製品の特性レベルとコストを勘案して採否を決めるとよい。

【0017】冷間圧延は、基本的には特公昭40-15644号公報に開示されているように最終冷延圧下率80%以上とすればよい。冷間圧延後の材料は、鋼中に含まれる炭素を除去するために湿水素雰囲気中で、750~900℃の温度域で脱炭焼鈍・窒化処理を行う。この脱炭焼鈍の酸化層の制御を行うことが本発明の1つのポイントである。その制御法として、(1)脱炭焼鈍をFe系酸化物の形成しない酸化度の雰囲気ガス中で行う方法、具体的には $P_{H_2O} / P_{H_2}$ を0.01以上、0.15未満とする方法また、(2)脱炭焼鈍で形成された表面酸化層を除去する方法がある。

【0018】これらの脱炭焼鈍板を積層する際の焼鈍分離剤としてアルミナを使用することが本発明の1つのポイントである。この塗布方法としては、水スラリーもしくは静電塗布法等によりドライ・コート等を行えばよい。この積層した板を仕上げ焼鈍して、二次再結晶と純化を行う。二次再結晶を特開平2-258929号公報に開示されるように一定の温度で保持する等の手段により所定の温度域で行うことは磁束密度を上げるうえで有効である。二次再結晶完了後、純化を所定の温度・時間域で効率的に行う。仕上げ焼鈍後、表面は既に平滑化されているので、張力コーティング処理を行い、必要に応じてレーザー照射等の磁区細分化処理を施せばよい。

#### 【0019】

##### 【実施例】

##### 実施例1

重量で、Si:3.3%、Mn:0.1%、C:0.05%、S:0.007%、酸可溶性Al:0.03%、N:0.008%、Sn:0.05%の板厚1.8mm珪素鋼熱延板を酸洗後1.4mmに冷延した。次いで、1100℃で2分間焼鈍した後最終板厚0.14mmに冷延した。この冷延板を窒素と水素の混合ガス中において酸化度(1)0.06、(2)0.44で830℃の温度で

5

70秒焼鈍し一次再結晶させた。次いでアンモニア雰囲気中で焼鈍することにより、窒素量を0.025%に増加して、インヒビターの強化を行った。

【0020】これらの鋼板をその後、一部は(1)アルミナ( $Al_2O_3$ )を、一部は(2)従来のようにマグネシア( $MgO$ )を水スラリーで塗布した後、仕上げ焼鈍を施した。仕上げ焼鈍は1150℃までは $N_2 : 10^*$

6

\*0%の雰囲気ガス中で行い、1150℃で $H_2 : 100$ %に切り替え5時間焼鈍を行った。これらの試料を張力コーティング処理を施した後、レーザー照射して磁区細分化した。得られた製品の磁気特性を表1に示す。

【0021】

【表1】

脱炭焼鈍酸化度	焼鈍分離剤	磁束密度 $B_8$ (T)	鉄損 $W_{17/50}$ (V/kg)	備 考
0.06	アルミナ	1.93	0.49	本発明例
0.06	マグネシア	1.89	0.95	比較例
0.44	アルミナ	1.89	0.80	比較例
0.44	マグネシア	1.88	0.98	比較例

## 【0022】実施例2

実施例1と同一の窒化処理後の試料を、酸洗により表面酸化層を除去した後、アルミナを静電塗布し積層し、仕上げ焼鈍を施した。仕上げ焼鈍は1100℃までは $N_2 : 100$ %の雰囲気ガス中で行い、1100℃で $H_2 : 100$ %に切り替え20時間焼鈍を行った。これら※20

※の試料を張力コーティング処理を施した後、レーザー照射して磁区細分化した。得られた製品の磁気特性を表2に示す。

【0023】

【表2】

磁束密度 $B_8$ (T)	鉄損 $W_{17/50}$ (V/kg)
1.93	0.45

## 【0024】

【発明の効果】本発明により、低鉄損の方向性電磁鋼板を仕上げ焼鈍時に形状を損なうことなく効率的に製造す

ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】仕上げ焼鈍時の純化挙動を示す図表である。

【図1】

